



PROJETO DE GRADUAÇÃO

**INFLUÊNCIA DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO
COMPORTAMENTO EM FADIGA ESTRUTURAL DE LIGAS
COM MEMÓRIA DE FORMA**

Mohammad Mehdi Ghorbani

Brasília, dezembro de 2016.

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
Faculdade de Tecnologia
Departamento de Engenharia Mecânica

PROJETO DE GRADUAÇÃO

**INFLUÊNCIA DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO
COMPORTAMENTO EM FADIGA ESTRUTURAL DE LIGAS COM
MEMÓRIA DE FORMA**

Por
Mohammad Mehdi Ghorbani

Relatório submetido como requisito para obtenção do grau de
Engenheiro Mecânico.

Banca Examinadora

Prof. Edson Paulo da Silva, UnB/ENM

Prof. Jorge Luiz de Almeida Ferreira , UnB/ENM

Prof. Daniel Monteiro Rosa , UnB/ENM

Brasília, 1 de dezembro, 2016.

RESUMO

As Ligas com Memória de Forma (LMF) apresentam um grande potencial de aplicação nas mais diversas áreas da engenharia. Nas aplicações que usam esse tipo de material como atuador, nas quais ele é ciclado térmica e/ou mecanicamente, observa-se que a ocorrência de fadiga mecânica e fadiga termomecânica desempenham papel importante. Neste contexto, o objetivo do presente trabalho é avaliar a influência da imersão e do tempo de imersão em temperatura criogênica na vida a fadiga estrutural. Para isso, desenvolve-se uma análise comparativa entre referidas curvas da liga como recebida e tratadas criogenicamente. Corpos de prova da liga Ni48-Ti52 como recebida e imersas em nitrogênio líquido a -196°C , por 12, 18 e 24 horas foram cicladas mecanicamente sob diferentes cargas. A partir de uma análise analítica dos resultados da liga tratada e não tratada observou-se a influência do tratamento criogênico nessas ligas.

Palavras-chave: Ligas com memória de forma; tratamento criogênico, ligas NiTi, fadiga estrutural.

ABSTRACT

Shape memory alloy (SMA) presents a great potential of application in diverse areas of engineering. In a special way, in those where these materials are used as actuators, where the material is cycled thermally or mechanically, the mechanical and the functional fatigue play an important role. In this sense, this work aims to investigate the influence of deep cryogenic treatment in structural fatigue. For this was carried out an analytical comparative analysis of these properties before and after the cryogenic treatment. The test samples Ni48-Ti52 as received cryogenically treated by immersion at -196°C using different immersion times of 12, 18 and 24 hours. From a analytical analysis of untreated and treated alloy was observed the influence of the cryogenic treatment in these alloys.

Keywords: Shape memory alloy; cryogenic treatment, NiTi alloy, Structural fatigue.

Sumário

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	Motivação Do Trabalho	1
1.2	Objetivo	2
1.3	Metodologia	3
1.4	Estrutura do Trabalho	3
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1	INTRODUÇÃO	4
2.2	Temperatura de Transformação das SMA	4
2.3	Comportamento Termomecânico	5
2.3.1	Quasiplasticidade	5
2.3.2	Pseuelasticidade	6
2.3.3	Efeito memória de forma	7
2.4	Ligas NiTi	9
2.4.1	Aplicações em Construção Civil	10
2.4.2	Aplicações em Medicina	10
2.5	Módulo de Elasticidade	12
2.6	Amortecimento Viscoso	14
2.7	Técnicas Utilizadas	15
2.8	Curva S-n	16
2.8.1	Fatores Influentes na curva S-n	16
2.9	Método para levantamento da curva S-N	17
2.9.1	Método Padrão	17
2.9.2	Método para levantamento da curva S-N sob tensão constante	18
2.9.3	Métodos para levantamento das curvas utilizando as probabilidades ou das curvas SNP	19
2.10	Calorimetria Diferencial De Varredura (DSC)	19
2.11	Tratamento Criogênico	20
2.12	Fadiga em liga de SMA	21
2.12.1	Previsão de vida a fadiga funcional SMA	22

3	MATERIAIS E MÉTODOS	24
3.1	Materiais Analisados	24
3.2	Tratamento criogênico	24
3.3	Ensaio de Dureza	25
3.4	Calorimetria Diferencial de varredura (DSC)	26
3.4.1	Determinação das temperaturas e calor latente de transformação de fase	27
3.5	Análise do módulo elástico e do amortecimento	28
3.6	Levantamento da curva Sn	29
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	31
4.1	Dureza - Rockwell C	31
4.2	Módulo de Elasticidade e amortecimento	31
4.3	Temperaturas de transformação de Fase e Calor Latente de Transformação .	32
4.4	Influencia na vida a fadiga	35
5	CONCLUSÃO	37

Lista de Figuras

2.1	Curva fração volumétrica de martensita (ξ) x temperatura(T) esquemática (DA SILVA, 2003 - Modificado)	5
2.2	Diagrama tensão-deformação quasiplástica(Esquemático)	6
2.3	Ciclo de carregamento típico de uma SMA (a) e representação esquemática das transformações de fase (b)(Lagoudas,2008)(modificado)	7
2.4	Representando esquematicamente o efeito memória de forma.	8
2.5	Demonstração do efeito memória de forma.	8
2.6	Diagrama de fases da liga Ni-Ti (Otsuka, K. and X. Ren, 2005).	9
2.7	Torre do sino com os tendões e princípio de carga-deslocamento com SMAD incorporada	10
2.8	(A)vértebras da coluna vertebral e (B) espaçador de memória de forma em estado martensítico(esquerdo) e o formato original(direita)	11
2.9	Cateter Vascular	12
2.10	Curva tensão-deformação no regime elástico.	13
2.11	Relação da força em função da separação interatômica para átomos com ligações fracas e com ligações fortes (Callister, 2007. Modificado).	13
2.12	Amortecedor viscoso com um grau de liberdade (RAO, 1995).	14
2.13	Curvas do Método Padrão.	17
2.14	Curvas do $S - N$ em escala log-log	18
2.15	Levantamento da curva para tensão constante.	18
2.16	Representação estatística de dados de fadiga, curvas SNP	19
3.1	Equipamento para tratamento criogênico Kryos Tecnologia (Gobbi, 2009).	24
3.2	Histórico da temperatura do tratamento criogênico. (Bartholomeu, 2016).	25
3.3	Durômetro Pantec modelo Rain-Rs Panambra.	25
3.4	Diagrama esquemático de uma curva de DSC para uma SMA (Lagoudas, 2008. Modificado).	27
3.5	Duplo-forno que permite a medição direta do fluxo de calor.	27
3.6	Ciclo de aquecimento e resfriamento usados para o ensaio de DSC.	28
3.7	Bancada experimental para levantamento da curva SN.	29

4.1	Curva de DSC para a liga NiTi sem tratamento criogênico(Bartholomeu, 2016).	31
4.2	Módulo de Elasticidade das ligas Ni48Ti52 sem e com DCT (Bartholomeu, 2016).	32
4.3	Amortecimento das Ligas de Ni48-Ti52 sem e com DCT(Bartholomeu, 2016).	32
4.4	Evolução de As e Af com o tratamento criogênico(Bartholomeu, 2016). . .	33
4.5	Evolução de Ms e Mf com o tratamento criogênico(Bartholomeu, 2016). . .	33
4.6	Evolução da Histerese de Temperatura com o tratamento criogênico (BARTHOLOMEU, 2016).	34
4.7	Calor Latente de Transformação de Fase (BARTHOLOMEU, 2016).	34

Símbolos

SÍMBOLOS LATINOS

s	start
f	final
SMA	Material de memória de forma
M_s	Início de formação de martensita
M_f	Final de formação de martensita
A_s	Início de formação de austenita
A_f	Final de formação de austenita
E	Módulo de elasticidade

SÍMBOLOS GREGOS

ξ	Fração volumétrica martensita
σ^{Ms}	Tensão inicial da transformação da martensita induzida por tensão
σ^{Mf}	Tensão final da transformação da martensita induzida por tensão
σ^{As}	Tensão inicial da transformação da austenita induzida por tensão
σ^{Af}	Tensão final da transformação da austenita induzida por tensão

Capítulo 1 INTRODUÇÃO

Neste capítulo são apresentados os aspectos gerais sobre as ligas com memória de forma (Shape Memory Alloys-SMA), contexto no qual o presente trabalho se insere, bem como as motivações para o seu desenvolvimento. Os objetivos do trabalho são estabelecidos, assim como a metodologia para alcançá-los descrito. Por fim apresentação da estrutura geral deste trabalho.

1.1 Motivação Do Trabalho

As ligas com memória de forma (LMF) constituem um grupo de materiais metálicos capaz de recuperar uma geometria original quando submetidos a determinadas temperaturas ou ciclos de carregamento mecânico (OTSUKA & WAYMAN, 1998). A pseudoelasticidade (PE) e o efeito memória de forma (EMF) são os principais comportamentos apresentados por essas ligas. As propriedades singulares das LMF têm motivado uma série de pesquisas vislumbrando aplicações nas mais diversas áreas do conhecimento (SILVA, 2006). As LMF enquadram-se na classe de materiais inteligentes, tal como materiais piezelétricos, fluidos eletro e magneto reológicos, entre outros (Janocha, 1999; Srinivasan and Mc Farland, 2001; Gandhi and Thonpson, 1994; Duerig et. al, 1990; Lagoudas, 2008; Yamauchi, 2011; Lecce and Cocilio, 2014)

A principal característica das LMF é a sua capacidade de sofrer deformações recuperáveis de até 10% além da deformação elástica e recuperá-la com o aquecimento a temperaturas características relativamente baixas. Devido a esta capacidade as SMA são fortes candidatas a serem aplicadas como atuadores em situações que envolvem grandes cargas, grandes deformações e baixas frequências (Mavroidis, 2002). Nesse tipo de aplicação o princípio de funcionamento do atuador com memória de forma consiste de uma deformação mecânica cíclica do material a uma temperatura inferior a uma temperatura característica denominada M_f (*martensite start*) e em seguida de um aquecimento a uma outra temperatura característica denominada A_f (*austenite finish*) e recuperando com esse aquecimento a geometria que possuía anteriormente à deformação mecânica abaixo de M_f . Nessa recuperação de forma ele desenvolve então uma força/deslocamento que executa então uma função de atuação.

Nas aplicações como atuadores, as quais o material é então submetido a um carregamento termomecânico cíclico, o material está sujeito a sofrer fadiga estrutural e fadiga funcional (Eggeler, et al, 2004, Mammano and Dragoni, 2014. Wilkes et al, 2000; Chluba et al, 2015). A fadiga funcional é caracterizada por alterações de propriedades do material como deformação máxima recuperável, temperaturas de transformação de fase, força de atuação

máxima entre outras que podem prejudicar alguma funcionalidade do atuador com memória de forma. Portanto, o emprego de ligas com memória de forma como atuador requer um conhecimento do comportamento do material à fadiga estrutural e à fadiga funcional. O conhecimento sobre a fadiga estrutural em ligas com memória de forma está relativamente bem consolidado, já o funcional ainda não.

O emprego de temperaturas abaixo de zero para melhoria de propriedades de aços é praticada desde a década de 1930 (Vales, 2010). Desde a década de 1970, com o desenvolvimento de tecnologias a baixas temperaturas, o tratamento criogênico foi estendido à -196°C . Este tratamento promove aumentos expressivos de resistência ao desgaste e da tenacidade de vários aços ferramenta (Zhmud, 1980). Embora ainda não plenamente compreendidos, os mecanismos associados aos fenômenos que ocorrem na microestrutura durante a permanência dos aços em temperaturas criogênicas são basicamente: a transformação da austenita retida em martensítica, a precipitação de finos carbonetos com distribuição uniforme e o alívio das tensões residuais (Farina, 2011). Huang et al (2003) relatam aumento de vida de ferramentas em 72% depois de terem sido tratadas à -196°C (Huang et al., 2003). No caso particular de aços AISI M2, Sartori (2009) relata um aumento de 62% na resistência ao desgaste quando o aço é tratado criogenicamente. Meng et al. (1994) e Yun et al. (1998) concluíram que o tratamento criogênico facilita a formação de carbonetos, além de promover uma distribuição mais homogênea, resultando no aumento da dureza do aço. Em algumas LMF o tratamento criogênico resultou no aumento da dureza em 8,3% em NiTi, 3,2% em Cu-Zn-Al e aumento no fator de amortecimento em 116% (Zak, 1996; Albano, 2013; Kolisk, 2013; Lopes, 2014). Bartholomeu (2016) investigou a influência de tratamentos criogênicos com tempos de imersão de 12, 18, 24 e 36 horas a -106°C em propriedade mecânicas (módulo de elasticidade e amortecimento) e térmicas (temperaturas de transformação de fase e no calor latente de transformação) da liga Ni48-Ti52. Ele observou que o tratamento criogênico afetou todas as propriedades investigadas, com destaque para a redução do calor latente de transformação de fase e o aumento do fator de amortecimento. A análise microestrutural sinaliza que essas alterações podem estar associadas a alterações do tamanho de grão e de precipitados. O foco do presente trabalho é investigar se e com o tratamento criogênico afeta o comportamento a fadiga termomecânica e estrutural numa liga NiTi com memória de forma.

1.2 Objetivo

Este trabalho tem como objetivo avaliar o efeito de tratamento criogênico no comportamento a fadiga termomecânica estrutural de uma liga NiTi por meio da avaliação da deformação recuperável, temperaturas de transformação de fase.

1.3 Metodologia

O desenvolvimento do projeto será norteado por uma análise comparativa experimental entre a vida à fadiga estrutural de duas ligas com memória de forma tratadas e não tratadas criogenicamente. Essa análise será desenvolvida sob duas diretrizes metodológicas:

- Tratamento criogênico das ligas NiTi a -196°C por diferentes tempos de encharque, e submetidas à mesma caracterização da vida a fadiga;
- Análises analíticas da vida a fadiga estrutural da liga tratada e não tratada criogenicamente permitirão avaliar as influências do tratamento criogênico.

1.4 Estrutura do Trabalho

Este trabalho será dividido em quatro capítulos. O capítulo dois tratará de revisão bibliográfica sobre ligas com memória de forma (SMA), seu comportamento termomecânico, os fenômenos de quisiplasticidade e pseudoelasticidade e tratamento criogênico, técnicas experimentais utilizadas para caracterização da liga NiTi o conceito das propriedades que serão analisadas são abordadas neste capítulo.

O capítulo três discorre sobre os materiais e os métodos utilizadas durante o trabalho. O capítulo quatro apresenta os resultados obtidos. No capítulo cinco serão apresentados as considerações e conclusões finais deste trabalho.

Capítulo 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 INTRODUÇÃO

As Ligas com Memória de Forma (LMF) constituem um grupo de materiais metálicos capaz de recuperar a forma original pela imposição de um campo de temperatura e/ou de tensão, devido a transformações de fase induzidas no material (LAGOUDAS, 2008). Segundo Rustight et al. (2003) a primeira observação do efeito de memória de forma foi em 1932 por Chang & Read. Foi observada a reversibilidade da transformação em ligas de AuCd por análises metalográficas. Entretanto, apenas em 1960 Buehler e colaboradores do Naval Ordnance Laboratory (NOL) descobriram o efeito memória de forma em uma liga NiTi que levou o nome do Laboratório de pesquisa: NITINOL (OTSUKA & WAYMAN, 1998). Esta habilidade de memorizar uma forma particular é consequência direta de transformações de fase martensítica induzida térmica e/ou mecanicamente (Delaey et al, 1975).

Essas ligas caracterizam os materiais metálicos que quando submetidos a certas temperaturas e/ou tensões, devido a transformações martensíticas induzidas no material, recuperam a forma ou tamanho, previamente definidos (SAVI et al., 2011). Os materiais metálicos, em geral, possuem uma deformação recuperável em torno de 0,2%, enquanto que os materiais SMA chegam a 8% (WAYMAN & DUERIG, 1990).

2.2 Temperatura de Transformação das SMA

As temperaturas de transformação são aquelas temperaturas em que a liga muda da fase austenítica em temperaturas mais elevadas para a fase de martensita maclada em temperaturas mais baixas. As transformações começam a uma temperatura e param em outra. Estes início e fim de temperaturas são diferentes, dependendo se o material é aquecido ou resfriado (Zanaboni, 2008). Segundo Zanaboni (2008), em ordem de menor para maior temperatura, são definidos

- Temperatura final de formação da Martensita (Martensite finish - M_f): temperatura à qual o material é totalmente martensítico e não sofre uma mudança de forma se descarregado;
- Temperatura inicial de formação da Martensita (Martensite start - M_s): temperatura em que, quando a austenita é resfriada, começa a se transformar em martensita;
- Temperatura inicial de formação de Austenita (Austenite start - A_s): temperatura na qual a martensita começa a se transformar em austenita;

- Temperatura final de formação de Austenita (Austenite finish - A_f): temperatura na qual a mudança para austenite está completa .

A figura 2.1 ilustra esquematicamente o comportamento de fração volumétrica do martensita em função de temperatura. Abaixo do M_f a liga se encontra na fase martensítica. Ao ser aquecido e atingindo a temperatura A_s inicia-se a transformação reversa para a austenita. Essa transformação finaliza-se na temperatura A_f .

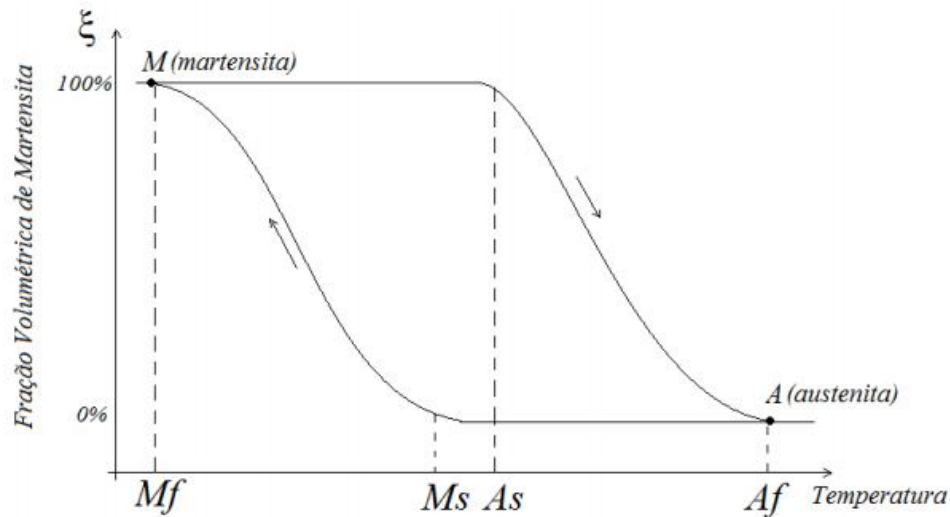


Figura 2.1: Curva fração volumétrica de martensita (ξ) x temperatura(T) esquemática (DA SILVA, 2003 - Modificado)

2.3 Comportamento Termomecânico

O comportamento termomecânico das SMAs está associado a transformações de fase. A seguir serão descritos os principais fenômenos observados nos SMA.

2.3.1 Quasiplasticidade

A quasiplasticidade é um fenômeno observado em temperaturas abaixo de M_f . Nessa temperatura, as ligas com memória de forma encontram-se em uma fase martensítica constituída de variantes com orientações diferentes. Quando a formação da martensita é induzida termicamente, ocorre uma deformação residual devido à reorientação da martensita (*Krishnan et al, 1974*). Esse fenômeno pode ser explicado a partir de um monocristal de austenita livre de tensões. Quando um monocristal na fase austenítica é resfriado abaixo de M_f , esse pode se transformar em até 24 variantes de martensita auto-acomodadas ou macladas, sem mudança de forma macroscópica (*Otsuka & Wayman, 1998*).

Ao serem submetidas a uma tensão inferior à tensão crítica abaixo da temperatura M_f , as ligas com memória de forma se comportam elasticamente. Acima de tensão crítica, observa-se deformação a uma tensão aproximadamente constante devido à reorientação da martensita. No caso de retirada do carregamento antes do limite de escoamento, o material comportar-se-á elasticamente até que todo o carregamento seja retirado permanecendo uma deformação residual denominada quasiplástica (Krishnan *et al*, 1974).

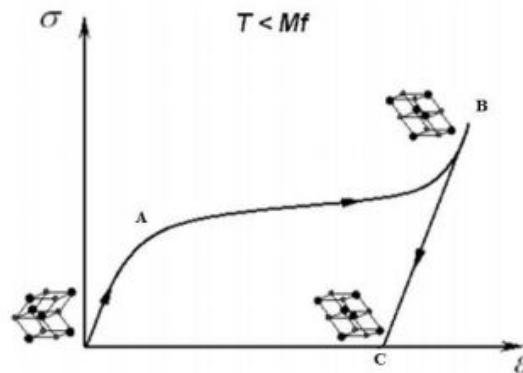


Figura 2.2: Diagrama tensão-deformação quasiplástica(Esquemático)

A Figura 2.2, curva tensão versus deformação quasiplástica esquemática, o ponto *A* indica o início da reorientação martensítica, o ponto *B* o fim da reorientação martensítica e o ponto *C* a deformação residual. Se o material deformado quasiplasticamente for aquecido a temperaturas superiores a A_f , a deformação residual quasiplástica desaparece devido à transformação da martensita reorientada em austenita. Esse desaparecimento de deformação quasiplástica é denominado o efeito memória de forma (Delaey *et al*, 1974).

2.3.2 Pseuelasticidade

O fenômeno da pseudoelasticidade é observado na temperatura acima de A_f e está associado à transformação martensítica induzida por tensão, à qual esta associado uma deformação durante o carregamento e, em seguida, recuperação de forma quando descarregado a temperaturas acima de A_f .

A figura 2.3 ilustra o carregamento descrito ($A \rightarrow B \rightarrow C \rightarrow D \rightarrow E \rightarrow F \rightarrow A$) e uma representação esquemática das fases envolvidas.

Quando tensão é aplicada em uma amostra à $T > A_f$, a fase austenítica sofre deformação elástica até o carregamento atingir a tensão de início da transformação martensítica (σ^{Ms})($A \rightarrow B$), onde deformação pseuelastica ocorrerá em nível de tensão quase constante. A transformação se completa quando o carregamento atingir a tensão final da transformação martensítica (σ^{Mf})($B \rightarrow C$), voltando a se comportar elasticamente. O material escoará se o

nível de tensão continuar a se elevar e atingir o limite de escoamento, mas se antes disso ocorrer alívio do carregamento ($C \rightarrow D$), a martensita reverterá a deformação elástica até atingir a tensão de início da transformação austenítica (σ^{As})($D \rightarrow E$). Durante a transformação de martensita demaçada para austenita ($E \rightarrow F$), o material apresenta uma recuperação pseudoelástica da deformação. A transformação se completa no ponto onde a curva tensão-deformação reencontra a região elástica da austenita (correspondente à tensão de final da transformação reversa(σ^{Af}), ponto F).

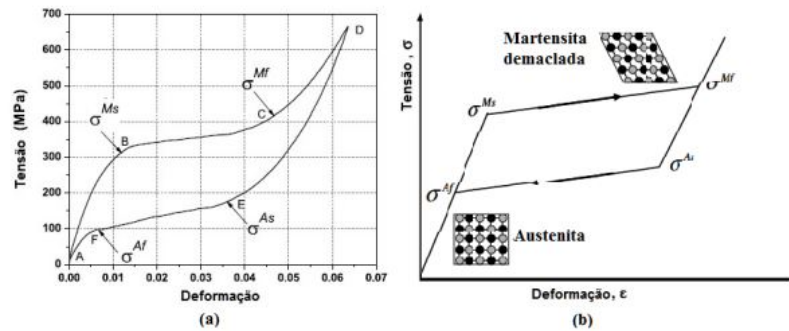


Figura 2.3: Ciclo de carregamento típico de uma SMA (a) e representação esquemática das transformações de fase (b)(Lagoudas,2008)(modificado)

2.3.3 Efeito memória de forma

O efeito de memória de forma é um fenômeno em que um material é deformado abaixo de uma temperatura M_f , e recupera sua forma original em virtude de uma transformação reversa, quando aquecido a uma temperatura acima de A_f .

A Figura 2.4 ilustra esquematicamente o fenômeno de memória de forma simples. Quando a SMA está abaixo de M_f ela pode ser facilmente deformada (figura 2.4 A-B-C). Entretanto, quando o material é aquecido acima de A_f , ocorre uma transformação de fase esquematizado na (figura 2.4D) e, ao ser resfriada, completa o ciclo retomando à condição inicial(Hodgson *et al*,1990). A base do efeito memória de forma é a recuperação de deformação quasiplastica devido à transformação reversa (Mar \rightarrow Aus).

Segundo Zanaboni (2008), o mecanismo de recuperação de forma das SMA pode ser descrito da seguinte forma, conforme a Figura 2.5 :

- cristal original na fase austenítica (único);
- deformação na martensita por reorientação de variantes;
- no aquecimento acima de A_f cada variante volta para a orientação original pela transformação inversa

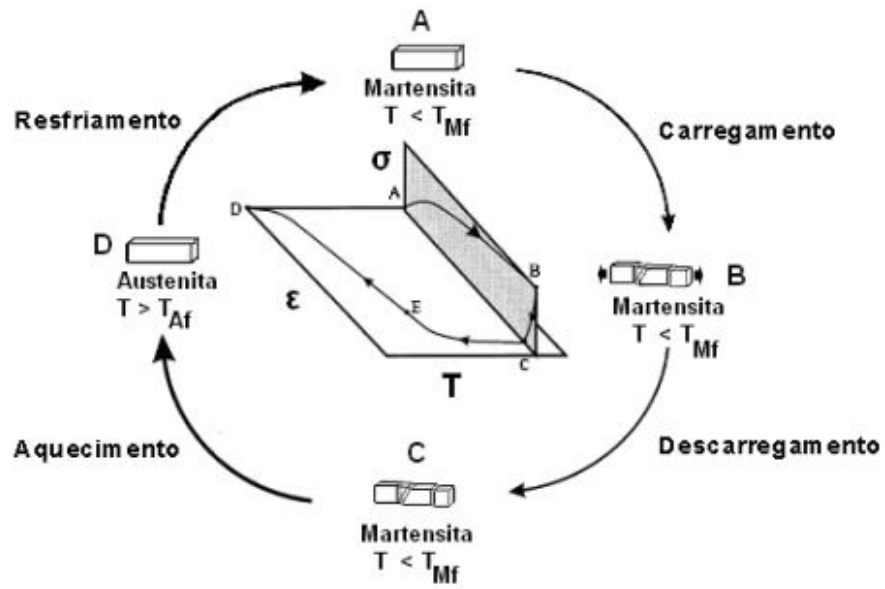


Figura 2.4: Representando esquematicamente o efeito memória de forma.

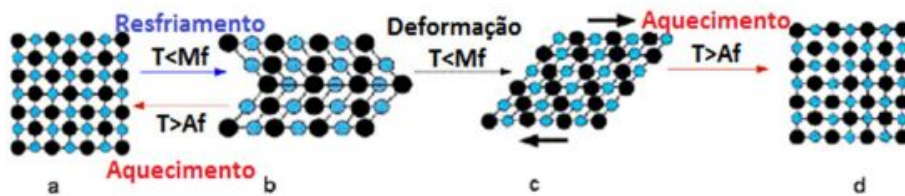


Figura 2.5: Demonstração do efeito memória de forma.

2.4 Ligas NiTi

As ligas NiTi com memória de forma são um composto intermetálico. Este composto apresenta uma solubilidade moderada do Níquel (Ni) e do Titânio (Ti), assim como de outros elementos metálicos, além de apresentar uma ductilidade comparável à de outras ligas metálicas (Krishnan *et al*, 1974). A composição das ligas é de aproximadamente 55% de Níquel e 45% de Titânio.

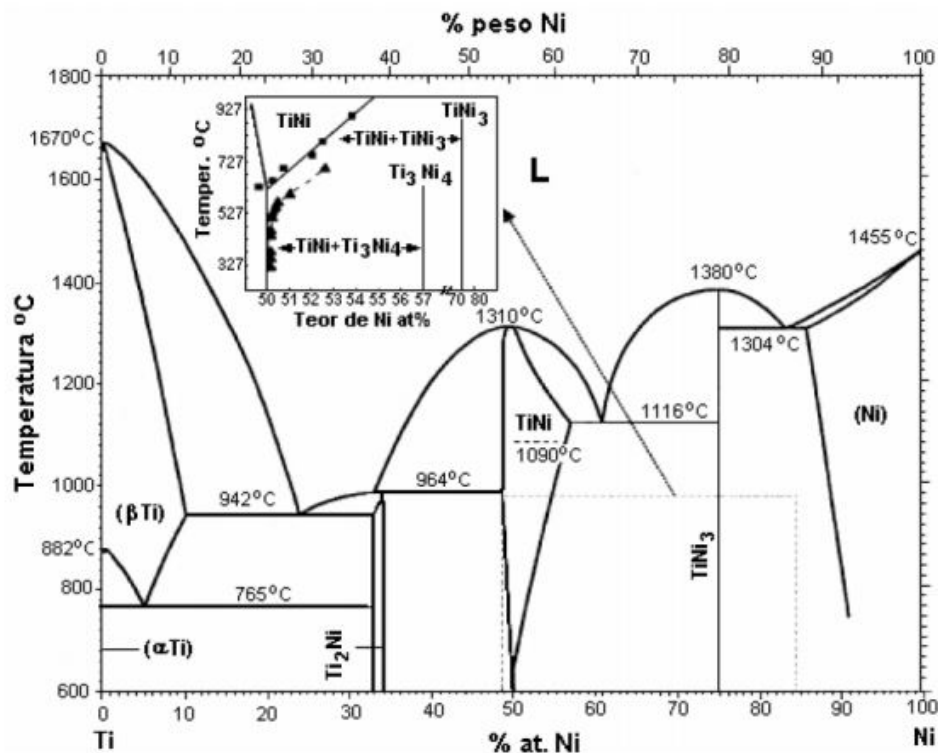


Figura 2.6: Diagrama de fases da liga Ni-Ti (Otsuka, K. and X. Ren, 2005).

As ligas de NiTi é o material mais comumente estudado dentre as ligas de memória de forma.

Aplicações das ligas NiTi

As ligas NiTi devido as suas propriedades diferenciadas (memória de forma, pseudoelasticidade, biocompatibilidade) possuem uma gama de aplicações nas mais diversas áreas que vão desde o campo aeroespacial até o industrial, sendo utilizado em juntas de tubos hidráulicos, conexões sem solda, na área biomédica e em atuadores (por causa da sua sensibilidade à temperatura) (Otsuka, 1998 & Sashihara *et al* 1938). É importante ressaltar ainda que a maior parte do foco comercial se dá na área médica e odontológica com produtos tais como stents, implantes ortopédicos e aparelhos ortodônticos.

2.4.1 Aplicações em Construção Civil

A Utilização da SMA dentro de dispositivos relativamente pequenos com aplicação seletiva para a estruturas permitiu uma atualização sísmica inteligente de uma grande estrutura. Atualização sísmica da torre do sino da Igreja de SanGiorgio em Trignano mostrado na figura 2.7, tornou-se necessária depois de ser atingido por um terremoto de magnitude Richter 4,8 em 1996 (*Indirli 2000*) e representa uma das primeiras aplicações conhecidas dos SMAs em engenharia civil. O melhoramento foi realizada ligando parte superior e inferior da torre por meio de tendões híbridos (*Indirli 2000*). No total, quatro tendões são expostos colocado nos cantos da torre. Os tendões são constituídos por barras de aço convencionais, em série com um dispositivo de material com memória de forma (figura 2.7). A SMAD (Shape Memory Alloy Device) foi projetado para tirar forças de tensões por meio de 60 fios de NiTi superelástico paralelos com 1 mm de diâmetro e 30 mm de comprimento. Consequentemente, o uso do SMAD como limitadores de carga em caso de um terremoto, proporciona um amortecimento moderado através de um comportamento de histerese. A força tendão é, portanto, mantidos dentro de uma faixa desejado, mesmo que grandes deformações ocorrer (figura 2.7)

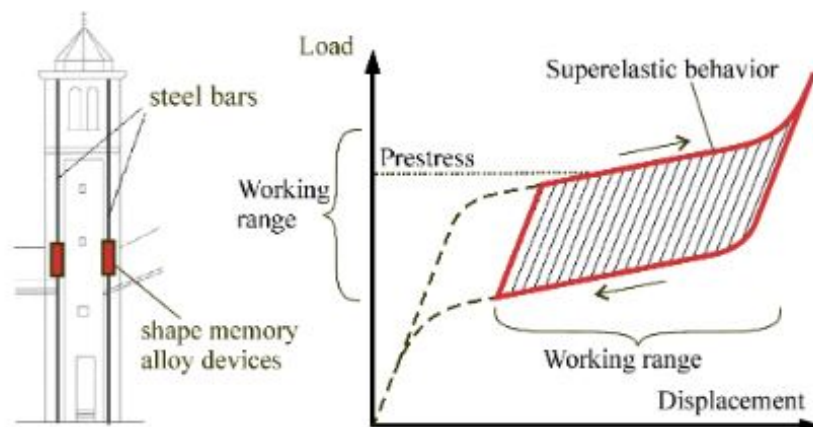


Figura 2.7: Torre do sino com os tendões e princípio de carga-deslocamento com SMAD incorporada

Depois de uma terremoto com magnitude de 4,5 richters com o mesmo epicentro em 2000, as investigações subsequentes da torre do sino adaptado não encontrou nenhuma evidência de dano (Desroches e Smith, 2003).

2.4.2 Aplicações em Medicina

As SMA vem sendo utilizado frequentemente em diversas áreas. Existe uma grande aplicação de SMA na medicina e o uso desses materiais vem trazendo facilidade e conforto

na execução dos serviços. Um importante requisito para qualquer material que é usado no corpo humano é a biocompatibilidade, e as SMA atendem essa exigência

2.4.2.1 Aplicações em Orthopédico Espaçador Vertebral

Materiais com memória de forma tem uma grande aplicação em orthopedia. Os espaçadores vertebrais é um dos exemplos de utilização, mostrado na figura 2.8. A inserção deste espaçador entre duas vértebras assegura o reforço local das vértebras da coluna vertebral, impedindo qualquer movimento traumático durante o processo de cura. A utilização de espaçador com memória de forma permite a aplicação constante de carga, independentemente da posição do paciente, que preserva algum grau de movimento(Pelton A & Stöckel D 1996). A figura 2.8 mostra vértebras da coluna vertebral e um espaçador com memória de forma. No lado esquerdo, o espaçador está no estado martensítico, e no lado direito, o espaçador é na sua forma original recuperado pelo fenômeno pseudoelástico.

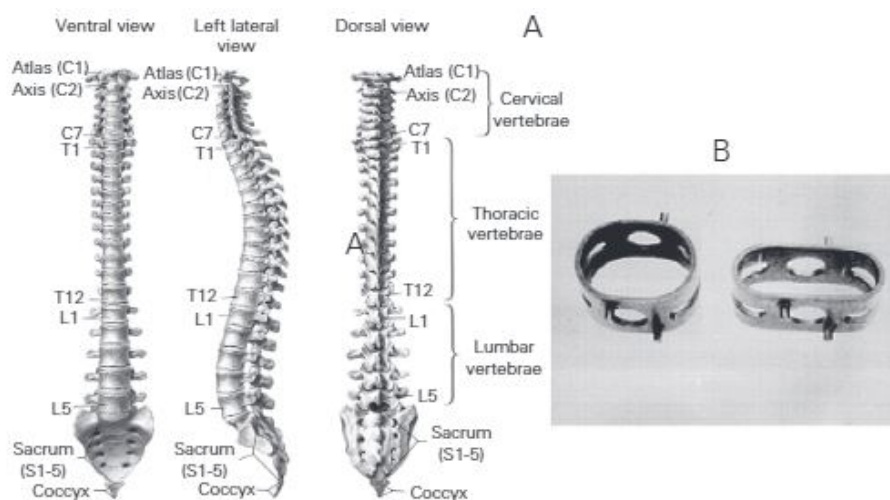


Figura 2.8: (A) vértebras da coluna vertebral e (B) espaçador de memória de forma em estado martensítico(esquerdo) e o formato original(direita)

2.4.2.2 Cateter Vascular

O “Stent” é uma estrutura utilizada para manter o segmento do vaso aberto após a realização da angioplastia, isto é, abertura de um vaso arterial ou venoso que estava parcial ou totalmente obstruído. O stent com SMA é amplamente utilizado nas especialidades como radiologia intervencionista, cirurgia vascular e cardiologia. Antes de ser colocado no corpo humano, o stent sofre uma compressão encontrando-se em seu estado martensítico e sua forma é modificada. É introduzido no vaso e com o aquecimento da temperatura do corpo, ele se expande retornando a sua forma original. (Diss Renata marcante UFRJ)

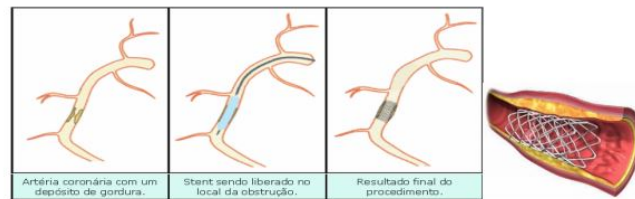


Figura 2.9: Cateter Vascular

2.5 Módulo de Elasticidade

Para Cossolino & Pereira (2010) materiais quando são submetidos a cargas, informações são necessárias como módulo de elasticidade, pois no projeto e desenvolvimento de peças dispositivos deve-se prever qualquer deformação que não exceda os limites pré-estabelecidos ocasionando fadiga acelerada ou mesmo fratura. O comportamento mecânico de um material está relacionado com a resposta à carga aplicada. A propriedade que correlaciona a deformação elástica com a tensão é o módulo elástico, que conforme a carga utilizada possui diferentes definições

O módulo de elasticidade é uma propriedade intrínseca dos materiais que descrevem a rigidez ou resistência do material à deformação no regime elástico, quando esse é submetido a uma tensão externa de tração ou compressão. Quanto maior for o módulo elástico, mais rígido será o material, ou menor será a deformação elástica que irá resultar da aplicação de uma dada tensão (*Callister, 2007*).

Para um melhor entendimento do módulo de elasticidade, a seguir está representado um diagrama esquemático tensão-deformação no qual a tensão e a deformação são proporcionais (Figura 2.10). A partir dele, podemos entender o processo de deformação não permanente (elástico) que ocorre quando uma deformação é totalmente recuperada, quando a tensão aplicada é liberada. Assim, cessando os esforços, o material volta à forma e dimensões originais (*Chiaverini, 1986, Callister, 2007*). Em uma escala atômica, a deformação elástica macroscópica é manifestada como pequenas alterações no espaçamento interatômico e no alongamento das ligações interatômicas. Consequentemente, o valor do módulo de elasticidade é uma medida da resistência à separação dos átomos adjacentes, ou seja, das forças de ligação interatômicas. Portanto, o módulo de elasticidade é tanto maior quanto maior a força de atração entre os átomos (*Callister, 2007*). É importante ressaltar ainda que esse módulo é proporcional à inclinação da curva força-separação na posição da separação interatômica de equilíbrio (r_0):

$$E \propto \left(\frac{dF}{dr} \right)_{r_0} \quad (2.1)$$

As curvas força-separação para materiais que possuem tanto ligações interatômicas fortes

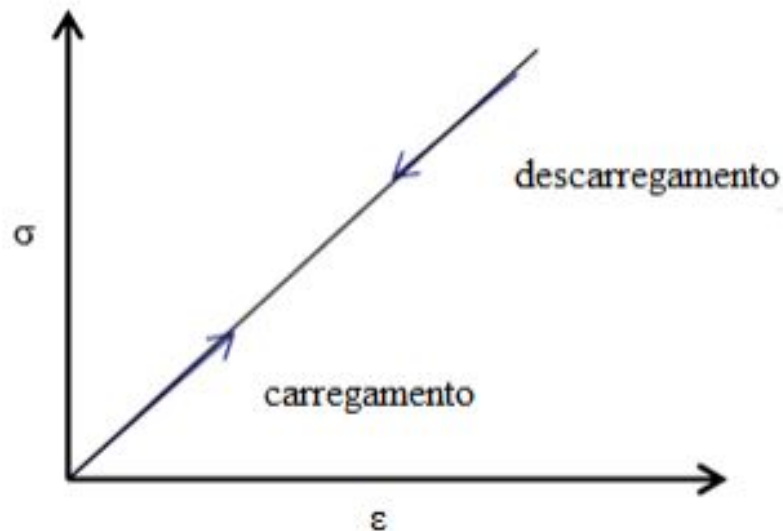


Figura 2.10: Curva tensão-deformação no regime elástico.

quanto fracas estão retratadas na Figura 2.11. Como pode ser observada, a inclinação da curva em r_0 está indicada para cada caso. De um modo geral, quanto mais forte a ligação, mais inclinada será a curva. Como consequência, maior será o valor do módulo de elasticidade (Callister, 2007).



Figura 2.11: Relação da força em função da separação interatômica para átomos com ligações fracas e com ligações fortes (Callister, 2007. Modificado).

2.6 Amortecimento Viscoso

O movimento de um sistema pode ser descrito pelo número de graus de liberdade (GDL), equações diferenciais com variáveis dependentes do tempo (*Almeida, 2005*). No modelo viscoelástico, considera-se que o amortecimento é diretamente proporcional à velocidade de deslocamento, representando uma oposição ao movimento, sendo descrita pela equação (*Cossolino & Pereira, 2010*):

$$F = -c\dot{x} \quad (2.2)$$

Que c é a constante de amortecimento ou coeficiente de amortecimento viscoso, o sinal negativo indica que a força de amortecimento é oposta ao sentido da velocidade. Um sistema massa-mola-amortecedor com 1 grau de liberdade (Figura 2.12, oscilando livremente, tem a sua equação de movimento descrita pela equação:

$$m\ddot{x} + c\dot{x} + kx = 0 \quad (2.3)$$

Onde m a massa, k constante elástica da mola e c o coeficiente de amortecimento viscoso. Para resolver a equação 2.3, propomos a solução como

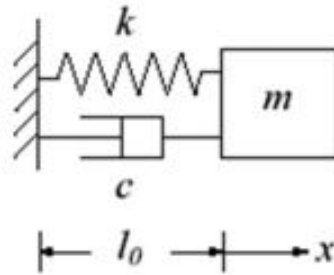


Figura 2.12: Amortecedor viscoso com um grau de liberdade (RAO, 1995).

$$x(t) = Ae^{st} \quad (2.4)$$

Onde A e s são constantes indeterminadas que substituindo na equação 2.3 resultam na equação característica:

$$ms^2 + cs + k = 0 \quad (2.5)$$

Que possui raízes,

$$s_{1,2} = -\frac{c}{2m} \pm \sqrt{\frac{c^2}{4m^2} - \frac{k}{m}} \quad (2.6)$$

Substituindo na solução proposta, teremos a solução geral

$$x(t) = A_1e^{s_1t} + A_2e^{s_2t} \quad (2.7)$$

Onde A_1 e A_2 são constantes determinadas pelas condições iniciais. O amortecimento crítico C_c definido como valor da constante de amortecimento para c que a equação 2.6 torne-se zero (RAO, 1995):

$$\left(\frac{c}{2m}\right)^2 - \frac{k}{m} = 0 \quad (2.8)$$

ou

$$C_c = 2m\sqrt{\frac{k}{m}} = 2\sqrt{km} = 2m\omega_n \quad (2.9)$$

Para qualquer sistema amortecido, o fator de amortecimento ζ é definido por:

$$\zeta = \frac{c}{c_c} = \frac{c}{2\sqrt{km}} \quad (2.10)$$

Reescrevendo as equações 2.9 e 2.10 temos:

$$\frac{c}{2m} = \zeta\omega_n \quad (2.11)$$

e por consequência,

$$s_{1,2} = (-\zeta \pm \sqrt{\zeta^2 - 1})\omega_n \quad (2.12)$$

Assim, a equação 2.7 pode ser escrita como

$$x(t) = A_1 e^{-\zeta + \sqrt{\zeta^2 - 1}\omega_n t} + A_2 e^{-\zeta - \sqrt{\zeta^2 - 1}\omega_n t} \quad (2.13)$$

Deste modo temos tomando como referência o valor de ζ :

- $\zeta > 1$: há duas soluções reais, caso superamortecido;
- $\zeta = 1$: há uma solução real, caso criticamente amortecido;
- $0 \leq \zeta < 1$: há duas soluções complexas, caso sub-amortecido.

Neste trabalho será utilizado o caso subamortecido, pois casos superamortecido e criticamente amortecido são não oscilatórios e não tem importância nesse estudo.

2.7 Técnicas Utilizadas

Como foi dito anteriormente, o trabalho tem como objetivo analisar a influência do tratamento criogênico nas propriedades termomecânicas das SMA. O enfoque será dado no módulo elástico, amortecimento, dureza, temperaturas de transformação de fases e calor latente de transformação. As técnicas para determinação das propriedades descritas acima serão discutidas neste item.

2.8 Curva S-n

O método *SN* surgiu durante as décadas de 1850 e 1860, quando Wöhler propôs um gráfico para avaliar resultados de testes de fadiga em eixos de trens sujeitos à flexão rotativa.

2.8.1 Fatores Influentes na curva S-n

O ensaio de fadiga depende de algumas variáveis, tais como: as condições superficiais do corpo-de prova, o seu tamanho, a carga solicitada, a temperatura, e a concentração de tensão influenciam no limite de resistência à fadiga S'_e . Essas variáveis devem ser consideradas, pois são usadas para modificar e adaptar as condições reais da peça em estudo. Assim, se multiplicar o S'_e pelos fatores dessas variáveis tem S_e o limite de resistência à fadiga de peça. (*Bannantine et al, 1990*).

$$S_e = K_a \times K_b \times K_c \times K_d \times K_e \times S'_e; \quad (2.14)$$

Onde cada fator K tem uma função de modificação definida por um valor numérico. Portanto, na Equação 2.14, são:

- Fator da superfície, K_a , praticamente todas as falhas por fadiga iniciam na superfície do componente, sendo as condições superficiais determinantes na vida em fadiga de um componente. Esse fator leva em consideração o acabamento da superfície, que no caso do corpo-de-prova é bem acabado.
- Fator de tamanho, K_b , associado ao diâmetro do corpo-de-prova. Se a peça tiver uma outra geometria, deve-se utilizar o conceito do diâmetro efetivo, obtido pelo volume do material, submetido a 95% da carga máxima para o mesmo volume do corpo-de-prova.
- Fator de carga, K_c , expressa a confiança esperada no limite de resistência à fadiga da peça. Para uma confiabilidade de 50%, o fator de confiabilidade é igual a 1.
- Fator de temperatura, K_d , quando uma peça for projetada para trabalhar com temperatura superior, é necessário uma correção na resistência à fadiga do material. Em geral, ocorre uma pequena queda da resistência à fadiga para temperaturas até 200 a 250 °C. Acima desse valor, a queda é mais acentuada. Ao realizar ensaio em temperaturas inferiores do ambiente, observa um aumento da resistência do material à fadiga.
- Fator de concentração de tensão, K_e , quando uma peça possui em sua geometria desvios que podem gerar concentradores de tensão, como: ângulos retos, cantos vivos, tratamentos térmicos e entalhes.

Yakoveleva (2004) trabalhou com três tipos de ligas (níquel, alumínio, e titânio) e constatou que não apenas o fator de concentração era importante, mas também a geometria da peça. Ambos podem inferir nos resultados dos testes de fadiga para diferentes frequências.

2.9 Método para levantamento da curva S-N

2.9.1 Método Padrão

O método padrão é utilizado quando se possui poucos corpos-de-prova. Nesse caso, ensaia-se um ou dois corpos-de-prova para determinada tensão. Se no primeiro, atingir a vida útil preestabelecida, o próximo é ensaiado com uma tensão mais alta. Os valores obtidos são plotados em um gráfico *SN* padrão e ajustados por uma curva média mais conservativa (Mansur, 2003).

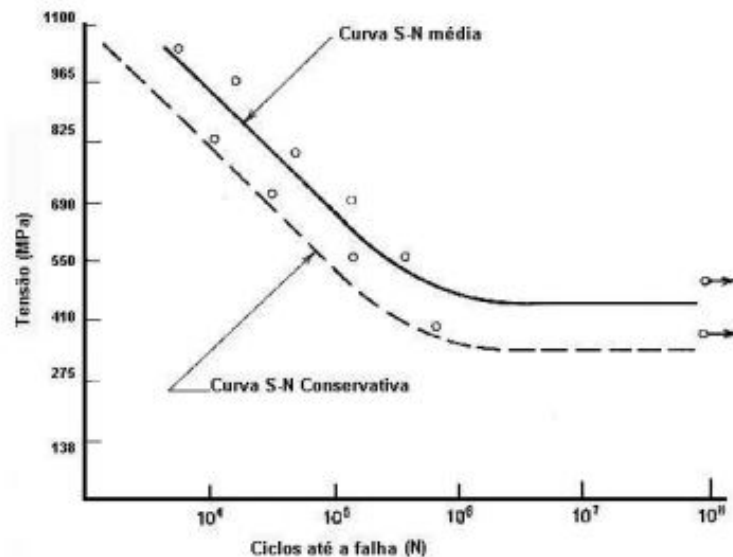


Figura 2.13: Curvas do Método Padrão.

Nas curvas, a abscissa é o número de ciclos e a ordenada a tensão aplicada, podendo ser em escala logarítmica, Figura 2.14.

A expressão analítica conhecida como equação de Wöhler é dada por:

$$S_a = b - c \times \log(N_i); \quad (2.15)$$

onde b é o intercepto da reta com o eixo das tensões, c a inclinação da reta, N_i o número de ciclos e S_a a amplitude da tensão alternada.

A expressão conhecida como equação de Basquin é dada por:

$$N_i = C_1 \times [S_a]^{k_i} \quad (2.16)$$

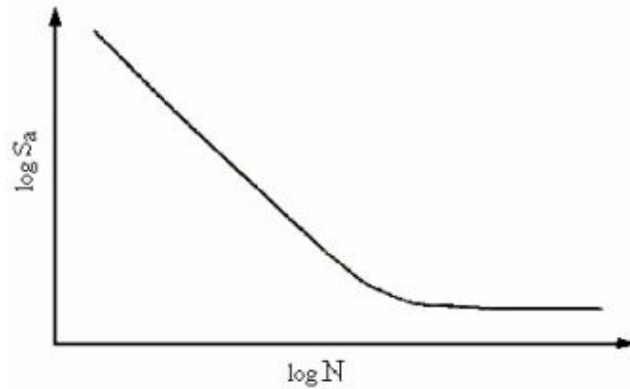


Figura 2.14: Curvas do $S - N$ em escala log-log

Onde C_1 é uma constante do material; K_i é a inclinação da reta; N_i é o número de ciclos e S_a é a amplitude da tensão alternada. Utilizando estas equações é possível levantar o gráfico conhecendo essas variáveis.

2.9.2 Método para levantamento da curva S-N sob tensão constante

Esse método seleciona algumas tensões e ensaia vários corpos-de-prova, obtendo assim, para cada tensão diversos pontos no gráfico, conforme apresentado na Figura 2.15 O gráfico

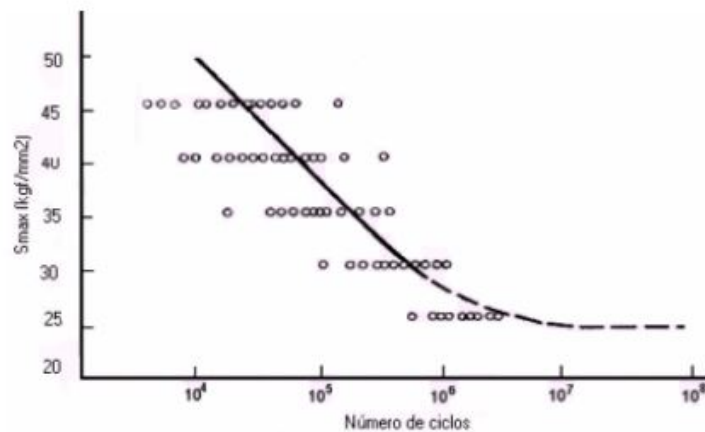


Figura 2.15: Levantamento da curva para tensão constante.

da Figura 2.15 é determinado aplicando uma tensão alta no corpo-de-prova correspondente ao número de ciclos, N , suportados até ocorrer à fratura *Souza, 1995*. Em seguida é traçado uma curva média que englobe todos os pontos. Ensaios de laboratórios mostram que existe uma considerável dispersão nos resultados obtidos nos ensaios de fadiga. Essa dispersão é tratada estatisticamente, utilizando a distribuição de Weibull ou a distribuição Log-normal. Para interpretar os resultados dos ensaios é necessária a construção de uma família de curvas

S-N tendo a probabilidade de falha (P) como parâmetro, sendo chamadas curvas *SNP* (Freitas e Colosimo, 1997).

2.9.3 Métodos para levantamento das curvas utilizando as probabilidades ou das curvas SNP

Nesse método, é necessária à construção de curvas S-N tendo a probabilidade da falha P , conhecidas como curvas de probabilidades constantes S-N-P, Figura 2.16. Estas curvas representam relações médias entre a vida de fadiga (número de ciclos) e a amplitude das tensões submetidas aos corpos-de-prova.

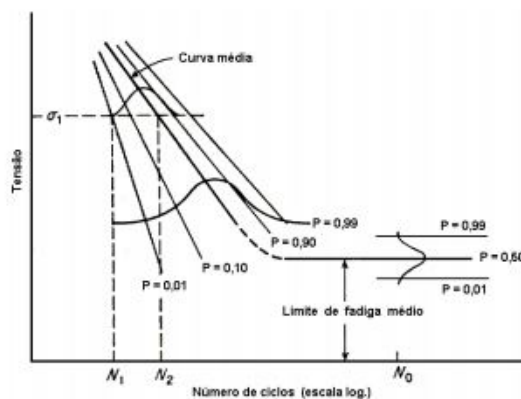


Figura 2.16: Representação estatística de dados de fadiga, curvas *SNP*.

Para o estudo dessas curvas podem ser utilizados o método padrão e o método para levantamento da curva com tensão constante, ambos foram explicados anteriormente. Para os dados levantados do material, deve-se realizar análise estatística dos testes com a finalidade de verificar se os valores são coerentes com a metodologia adotada.

Nas equações

2.10 Calorimetria Diferencial De Varredura (DSC)

A calorimetria diferencial de varredura (Differential Scanning Calorimeter DSC) é uma técnica utilizada para realizar uma análise térmica para medir as temperaturas de transformação de fases e o calor latente de transformação. Essa técnica é amplamente utilizada para estudar as temperaturas de transformação das ligas SMA e tem a vantagem de requerer pequenas quantidades de materiais (Lagoudas, 2008).

O princípio de operação do DSC é medir a taxa de fornecimento de energia calorífica entre uma substância e um material de referência em função da temperatura, enquanto ambas são submetidas a um mesmo programa de aquecimento ou resfriamento, rigorosamente

controlado. O dispositivo é chamado de diferencial porque tem a capacidade de monitorar a resposta de duas amostras e subtrair o resultado. Isso é muito útil quando uma amostra de um material é colocada em um forno vazio. O resultado da calorimetria diferencial de varredura é a resposta da amostra. O material da amostra pode ser encapsulado numa atmosfera inerte para evitar a oxidação (Lagoudas, 2008).

2.11 Tratamento Criogênico

As primeiras tentativas de realizar o tratamento térmico a uma temperatura inferior a 0 °C começaram a ser investigadas no começo do século XX (*Baldissera e Delprete, 2008*). Atualmente, o tratamento a frio é bastante aceito e utilizado na metalurgia como um tratamento suplementar que aumenta a transformação de austenita em martensita.

O tratamento criogênico vem sendo apresentado como um tratamento térmico com grandes efeitos nas propriedades dos aços ferramentas. A ele são atribuídas melhoras na resistência ao desgaste e na tenacidade dos aços ferramentas. Estes benefícios dependem tanto da temperatura utilizada quanto do tempo de permanência nesta temperatura. Os micromecanismos propostos para explicar os fenômenos que ocorrem na microestrutura durante a permanência em temperaturas criogênicas e no aquecimento subsequente não estão estabelecidos de forma clara (Farina, 2011).

Há diversas formas e técnicas de fazer tratamento a frio nos materiais, uma vez que frio pode ser entendido como temperaturas menores que a temperatura ambiente.

De acordo com Bryson (1999), os tratamentos dos materiais a frio podem ser classificados como:

- **Tratamento Sub-zero** de alguns minutos a algumas horas em até -80°C por exposição ao gelo seco de CO_2 ;
- **Tratamento Criogênico** de alguns minutos a algumas horas em até -196°C por exposição rápida ao nitrogênio líquido N_2L ;
- **Tratamento Criogênico Profundo (DCT)** resfriamento lento, dezenas de horas em até 196°C por exposição lenta e controlada ao gás resfriado obtido da evaporação do N_2L e aquecimento lento e controlado.

O tratamento sub-zero é hoje o mais popular e conhecido dos tratamentos a frio, ele é utilizado na indústria para promover maior estabilidade dimensional e remover tensões residuais dos processos de laminação, extrusão, forja, austenitização, etc. É conhecida por complementar o revenimento e remover alterações dimensionais da têmpera. Esse tratamento também representa o de menor investimento inicial (*Ashiuchi, 2009*).

O chamado Tratamento Criogênico Profundo consiste em um resfriamento a uma baixa taxa, a partir da temperatura ambiente até a temperatura do nitrogênio líquido (-196°C. Embora os efeitos e resultados que proporciona sejam função do material e da aplicação, a maior ou menor magnitude desses efeitos depende de uma combinação previa entre o tratamento habitual e o tratamento criogênico (*Mariante, 1999; Farina, 2011*). O ciclo de criogenia pode ser feito em atmosfera gasosa de nitrogênio ou usando a imersão direta no líquido. Normalmente, esse resfriamento é mantido durante 24 horas (podendo ser superior) e depois retorna à temperatura ambiente, também a taxas baixas (*Yun & Xiaoping, 1998*)

O tratamento criogênico não altera a aparência nem as dimensões dos componentes. Ele é realizado em atmosfera inerte e não ocorre mudança de cor ou oxidação. Uma das particularidades desse tratamento é que ele é indetectável. As alterações são sutis e afetam o material à escala microestrutural (*Silva, 1999*).

2.12 Fadiga em liga de SMA

Os dados de fadiga em ligas de memória de forma encontrados na literatura podem ser divididos em altos ciclos, com baixas tensões e elevados número de ciclos e baixos ciclos de fadiga; resultado de carregamentos termomecânicos cíclicos baseados em tensão mecânica constante e variações de temperatura induzidas por efeito Joule ou deformação constante (*MIYAZAKI, 1999*)

Na maioria das aplicações as propriedades de efeito memória de forma e superelasticidade das ligas de NiTi são utilizadas sob solicitações cíclicas. *EGGELER et al. (2004)* classificaram a fadiga de ligas de memória em fadiga funcional e fadiga estrutural, termo este que já havia sido empregado por *HUMBEECK & STALMANS (1998)*. Fadiga funcional refere-se à degradação, como consequência de carregamento cíclico, nas propriedades funcionais da liga, tais como a amplitude dos deslocamentos recuperáveis. Fadiga estrutural refere-se ao processo convencional de fadiga, ou dano microestrutural que se acumula durante o carregamento cíclico (*EGGELER et al., 2004*), podendo resultar em falha por fratura dos materiais de engenharia. Entretanto, no caso das LMF, atuam mecanismos de deformação diferentes dos usuais, com grande sensibilidade a variações de temperatura, fazendo com que o estudo de ambos os tipos de fadiga, funcional e estrutural, deva necessariamente considerar a perspectiva das mudanças microestruturais que se dão durante a ciclagem.

Tratando-se de fadiga em fios de memória de forma, deve-se atentar à fadiga funcional, termo este usado por *HUMBEECK & STALMANS (1998)*. Esta ocorre quando a liga já não tem capacidade de exercer sua função de projeto, ou seja, mesmo sem romper, ocorre a perda das características da liga, gerando por exemplo a diminuição nos deslocamentos oriundos dos ciclos de temperatura ou das características de memória de forma.

Com uma pesquisa mais profunda sobre a fadiga funcional em ligas de memória de forma

submetidas aos carregamentos termomecânicos, pode-se alcançar uma garantia maior sobre a aplicabilidade devido ao melhor entendimento do quanto tempo a liga se mantém funcional, com isso, tem-se a expansão de seu uso comercial.

2.12.1 Previsão de vida a fadiga funcional SMA

O modelo proposto por (Hartl et al.,2014) foi calibrado utilizando dados obtidos de testes isobáricos com tensões entre 200 e 500 MPa. A função de acumulação de dano é baseada em uma lei de acumulação linear, mostrada na Equação 2.17, onde N_f são os ciclos até a falha. A forma da função de acumulação de dano é mostrada na Equação 2.18.

$$\frac{\Delta D}{D_{crit}} = \frac{\Delta N}{N_f} \quad (2.17)$$

$$\dot{D} = \dot{\xi} f^D = \dot{\xi} \frac{D_{crit}}{2} \left(\frac{\hat{\phi}}{c^d} \right)^{\gamma_d} \text{sgn}(d\xi) \quad (2.18)$$

Na equação 2.18, ξ é a fração volumétrica martensita, D_{crit} é o dano critico para falha $\hat{\phi}$ é o trabalho atuado por ciclo. Existe uma boa correlação entre o trabalho atuado por ciclo e o numero de ciclos até a falha. As constantes C_d e γ_d são encontradas através da seguinte relação relacionando os números de ciclos até a falha com trabalho atuado por ciclo para testes isobáricos.

$$N_f = \left(\frac{\hat{\phi}}{c^d} \right)^{-\gamma_d} \quad (2.19)$$

Supõe-se que a amostra falha quando o dano acumulado é igual ao dano crítico. Isso se apresenta na equação 2.20 ,onde t_f é o tempo total decorrido:

$$\int_{t_0}^{t_f} \left[\dot{\xi} \frac{D_{crit}}{2} \left(\frac{\hat{\phi}}{c^d} \right)^{\gamma_d} \text{sgn}(d\xi) \right] dt = D_{crit} \quad (2.20)$$

O trabalho de atuação específico $\hat{\phi}$ na Equação 2.20 pode ser expresso como um produto do estado de deformação atual e tensão de atuação, Como mostrado abaixo na Equação 2.21

$$\hat{\phi} = \sigma(\xi) H^{cur}(\xi) \quad (2.21)$$

O termo $H^{cur}(\xi)$ da equação acima pode ser definido como:

$$H^{cur}(\sigma) = \begin{cases} H^{min}, & \sigma \leq \sigma^{crit} \\ H^{sat}(1 - \exp[-k\sigma]), & \sigma > \sigma^{crit} \end{cases} \quad (2.22)$$

Na equação 2.22 o H^{sat} é a tensão deformação máxima. Para um determinado esquema de carregamento, onde a tensão pode ser escrito como uma função do fração volumétrica martensita, os ciclos até a falha podem ser preditos antes do teste. Com a tensão sendo uma

função do fração volumétrica martensita, a função de acumulação de danos normalizada torna-se:

$$\frac{\dot{D}}{D_{crit}} = \frac{\dot{\xi}}{2} \left(\frac{\hat{\phi}}{c^d} \right)^{\gamma_d} \text{sgn}(d\xi) = \frac{\dot{\xi}}{2} \left(\frac{\sigma(\xi) H^{cur}(\xi)}{c^d} \right)^{\gamma_d} \quad (2.23)$$

Fazendo a suposição crítica de que a tensão de transformação é linearmente dependente da fração volumétrica martensita, podemos determinar a tensão como uma simples função dos parâmetros de carga de mola, a deformação de transformação ϵ^{tr} e a fração volumétrica martensita.

Os parâmetros de carregamento de mola utilizado na Equação 2.24a são a carga máxima aplicada (σ^{max}) e a constante de mola do Sistema (R). Para um caminho de carregamento gradual, utilizou-se a forma na Equação 2.24b

$$\sigma(\xi) = \sigma^{max} - R * \epsilon^{tr} * \xi \quad (2.24a)$$

$$\sigma(\xi) = \begin{cases} \sigma^{aplicado}, & \xi \leq 0.75 \\ 0, & \xi > 0.75 \end{cases} \quad (2.24b)$$

Por fim a previsão do modelo de vida a fadiga para o total de ciclos esperados para um dado esquema de carregamento linear é mostrada abaixo em Equação 2.25

$$N_f = \left[\int_0^1 2\xi \left(\frac{(\sigma^{max} - R\xi) \cdot H^{sat}(1 - \exp[-k(\sigma^{max} - R\xi - \sigma^{cr})])}{C^d} \right)^{Y_d} d\xi \right]^{-1} \quad (2.25)$$

Capítulo 3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais Analisados

No presente trabalho foi utilizado uma de liga de NiTi fabricada pela empresa francesa Nimesis. Na temperatura ambiente, a liga encontra-se na fase martensítica, ou seja, possui efeitos de memória de forma. Na tabela 3.1 encontra-se a composição química da liga obtida a partir do ensaio EDX (Espectroscopia por Fluorescência de Raio-X).

Tabela 3.1: Composição da liga Ni48-Ti52 (*Bartholomeu, 2016*).

Componente	Ni	Ti	Ca	K	S	Si	Al
% atômico	47,72	51,86	0,14	0,08	0,06	0,03	0,11

3.2 Tratamento criogênico

O tratamento criogênico foi realizado pela empresa Kryos Tecnologia. O processo realizado pela Kryos é comercialmente chamado de ULTP® (Ultra Low Temperature Process), no qual se utiliza vapor de nitrogênio líquido como meio de resfriamento.

Todo o processo, ou seja, a taxa de resfriamento, manutenção na temperatura de tratamento criogênico e aquecimento até a temperatura ambiente é controlado por software e hardware específicos desenvolvidos pela empresa (*Gobbi, 2009*).

Na Figura 3.1, pode-se identificar a câmara de tratamento e o cilindro de armazenamento de nitrogênio líquido, pertencentes à Kryos Tecnologia. O monitoramento será feito através de computador.



Figura 3.1: Equipamento para tratamento criogênico Kryos Tecnologia (*Gobbi, 2009*).

Os corpos de prova (CP) foram resfriados até -196°C e mantidos nessa temperatura por 12, por 18 e por 24 horas respectivamente, e em seguida aquecidos até a temperatura ambiente (24°C) a uma taxa de resfriamento e aquecimento de $18^{\circ}\text{C}/\text{hora}$. A figura 3.2 mostra o histórico de temperatura empregado no tratamento criogênico.

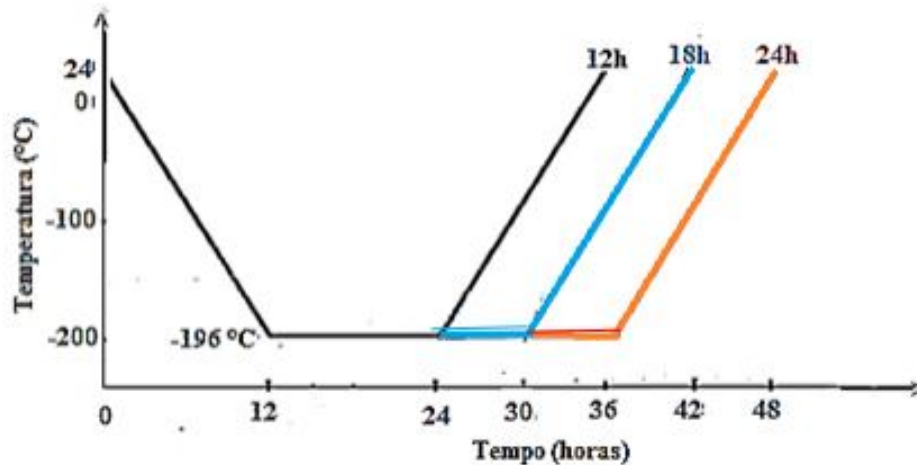


Figura 3.2: Histórico da temperatura do tratamento criogênico. (Bartholomeu, 2016).

3.3 Ensaio de Dureza

O ensaio de dureza foi realizado com o objetivo de se comparar a dureza das ligas com memória de forma (NiTi) sem tratamento e com tratamento criogênico e, assim, verificar a influência dele na dureza do material. Com essa finalidade foi utilizado o durômetro Pantec modelo Rasn-Rs Panambra (incerteza de $\pm 1\text{HR}$) e escala Rockwell B, Fig.3.3



Figura 3.3: Durômetro Pantec modelo Rain-Rs Panambra.

Nesse ensaio foram realizadas cinco medições na superfície preparada em pontos ao longo do corpo de prova. Em seguida, foram calculadas as durezas médias para cada um dos ensaios e os desvios-padrão, assim como o coeficiente de variação, o que permite fazer uma avaliação da existência ou não de dispersão nos resultados. Dessa forma, podemos verificar se os valores obtidos mostraram repetibilidade.

3.4 Calorimetria Diferencial de varredura (DSC)

O calorimetria diferencial de varredura(DSC) é utilizado para determinar as temperaturas de início e término das transformações de fases, assim como o valor do calor latente envolvido nessas transformações tanto para os materiais tratados criogenicamente quanto para o sem tratamento. O princípio de funcionamento do calorímetro diferencial de varredura é baseada na medição da diferença de energia calorífica entre uma substância e um material de referência (termicamente estável) para que eles tenham sempre a mesma temperatura.

A Figura 3.4 mostra uma curva DSC típica de ligas SMA. Nela, a potência (mW) necessária para manter uma taxa constante de aquecimento ou de resfriamento para a amostra de SMA é representada no eixo das ordenadas e a temperatura da câmara é representada no eixo das abscissas. A partir da curva pode-se observar que caso uma amostra na fase de martensita maclada seja aquecida será observada uma transformação de fase reversa que tem início em A_s . A reação que ocorre durante essa transformação é endotérmica e requer que seja fornecido calor adicional para a amostra a fim de manter a taxa de aquecimento prescrita anteriormente constante. Essa mudança na energia fornecida como o aumento da temperatura é registrada como uma transformação "pico" durante o aquecimento. Um pico semelhante é também registrado durante o processo de resfriamento no qual ocorre uma transformação da austenita para martensita (direta). As temperaturas de transformação são obtidas por meio dos gráficos pelos desenhos de tangentes a partir das regiões de início e fim dos picos. A intersecção dessas tangentes com as linhas base permite a obtenção das temperaturas. O calor latente associado para a transformação de fase pode ser calculado a partir das áreas dessas curvas (Lagoudas,2008).

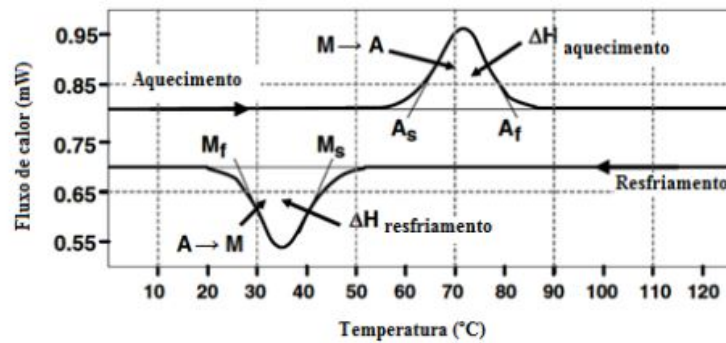


Figura 3.4: Diagrama esquemático de uma curva de DSC para uma SMA (Lagoudas, 2008. Modificado).

3.4.1 Determinação das temperaturas e calor latente de transformação de fase

O equipamento utilizado foi um calorímetro modelo DSC 8500 da marca PerkinElmer, do Laboratório de Materiais Inteligentes da UnB, com a utilização do software Pyris, fornecido pelo fabricante, para a análise dos dados. Esse calorímetro possui uma faixa de operação de -70°C a 750°C e dois fornos, aumentando a precisão das medidas de diferença de fluxo de calor entre os corpos. Foram utilizados cadinhos de alumínio de volume padrão com tampa, também da marca PerkinElmer.



Figura 3.5: Duplo-forno que permite a medição direta do fluxo de calor.

Na programação do DSC utilizaram-se as seguintes condições de ensaio:

1. Estabilização de início a uma temperatura de -20°C por 1 minuto.
2. Primeiro ciclo de aquecimento desde -20°C até 120°C a $40^{\circ}\text{C}/\text{min}$
3. Estabilização na temperatura 120°C por 1 minuto.
4. Primeiro ciclo de resfriamento desde 120°C até -20°C a $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$

5. Estabilização na temperatura -20°C por 1 minuto.
6. Segundo ciclo de aquecimento desde -20°C até 120°C a $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$
7. Estabilização na temperatura 100°C por 1 minuto.
8. Segundo ciclo de resfriamento desde 120°C até -20°C a $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$

As condições são apresentadas esquematicamente no seguinte gráfico (Figura 3.7):

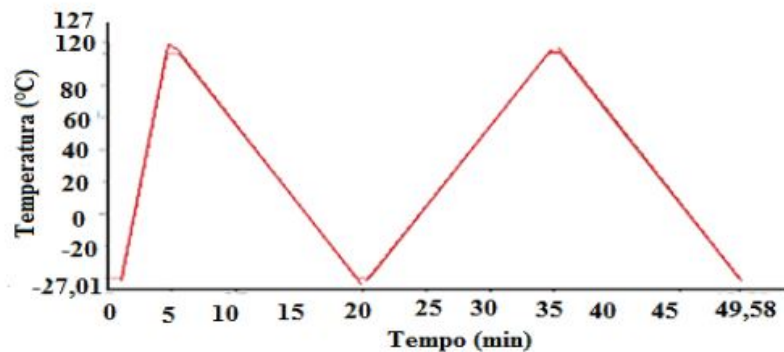


Figura 3.6: Ciclo de aquecimento e resfriamento usados para o ensaio de DSC.

3.5 Análise do módulo elástico e do amortecimento

A excitação por impulso (ensaio dinâmico não-destrutivo) foi a técnica utilizada para determinar os módulos de elasticidade e o amortecimento de materiais. A Técnica de Excitação por Impulso é um ensaio dinâmico não-destrutivo que consiste essencialmente em excitar através de um impacto mecânico o modo de ressonância das frequências naturais de vibração (Morrel, 2006 e ASTM E1876). O módulo de elasticidade e o amortecimento são obtidos, respectivamente, através das frequências naturais e do decaimento logarítmico.

O impacto gera um som que é emitido pelo corpo de prova e tem origem nas suas frequências naturais de vibração. É importante ressaltar ainda que para os casos de geometrias simples (barra, cilindro, disco, anel e placa) existe uma relação entre as frequências naturais de vibração com as dimensões, a massa e os módulos de elasticidade do corpo de prova. As dimensões e a massa são parâmetros facilmente mensuráveis com um paquímetro e uma balança, respectivamente. Conhecendo-se as dimensões, a massa e as frequências naturais de vibração, o cálculo dos módulos elásticos a partir de modelos matemáticos é imediato. Portanto, é possível calcular os módulos de elasticidade a partir das frequências naturais e o amortecimento a partir da atenuação da resposta acústica. De uma maneira geral, o som emitido contém informações que permitem determinar as propriedades elásticas (ASTM E1876).

3.6 Levantamento da curva Sn

As curvas S-N para os quatro grupos de corpos de prova (como recebido e tratados criogenicamente por 12, 18 e 24 horas) são levantadas segundo o procedimento experimental proposto por Mammano (2014). Para isso, utiliza-se uma bancada experimental desenvolvida especificamente para esta finalidade. Ela permite submeter um pedaço de fio de até 0,3 mm de espessura a uma carga constante (peso morto), aquece-lo por efeito Joule acima de A_f ciclicamente até a ruptura do fio. Ao longo da ciclagem mede-se a deformação sofrida pelo fio bem como as variáveis como tensão e corrente de alimentação e a frequência de excitação. A Figura 1 ilustra esquematicamente o aparato experimental. O procedimento

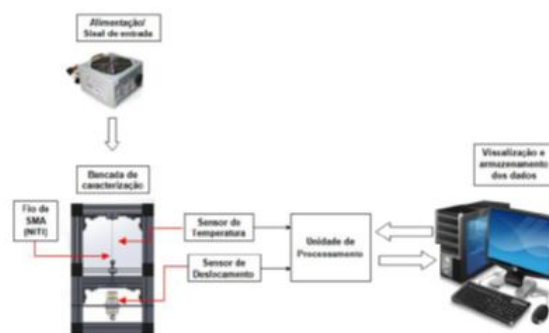


Figura 3.7: Bancada experimental para levantamento da curva SN.

adotado para se realizar os ensaios nos fios de SMA, considerando uma aplicação de tensão constante, será o seguinte:

1. O fio não deformado de cerca de 130mm é cortado a partir de uma bobina e fixado de forma que o comprimento útil seja de 100mm;
2. Uma das extremidades do fio está ligado à célula de carga e a leitura da célula é ajustado para zero. ;
3. Ainda com uma das extremidades livres, o fio é aquecido acima A_f para recuperação de eventual deformação sofrida na fase martensítica;
4. Ainda acima de A_f , o peso correspondente à carga desejada é fixado na extremidade livre do fio e a leitura do sensor de deslocamento é configurada no painel para zero, indicando nenhuma deformação;
5. A corrente elétrica é então interrompida para que o fio retorne à temperatura ambiente;
6. A carga é aplicada à base, de forma a alcançar o valor de tensão desejada cujo valor é captado pelo sensor célula de carga e visualizado no painel da interface gráfica ;

7. O teste é iniciado aplicando-se uma corrente elétrica, oscilando entre 0 e um valor de pico, de forma a atingir a temperatura de mudança de fase do material
8. Ao atingir a temperatura de mudança de fase (A_f), a corrente é desligada para que a temperatura no material volte à temperatura ambiente, completando assim um ciclo.
9. O teste é finalizado automaticamente na ruptura do fio de SMA, verificado pelo sensor célula de carga (redução brusca do valor aferido), ou quando não ocorre uma falha porém o número de ciclos ultrapassa um valor pré-estabelecido (5×10^5 ciclos).

Capítulo 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos dos ensaios da Técnica de Excitação por Impulso, Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) e Dureza tanto dos materiais tratados criogenicamente quanto dos não tratados.

4.1 Dureza - Rockwell C

A seguir são apresentados os valores de dureza para o material como recebido e tratado criogenicamente. A figura 4.1 mostra o valor médio de dureza e observa-se que ele diminui com o tratamento criogênico e tempo de imersão. Quanto maior o tempo de imersão menor a dureza observada. No início o material não demonstrou mudança de dureza, mas após 12h de encharque houve a redução nos valores de 4,96% e 6,76% em relação a material como recebido.

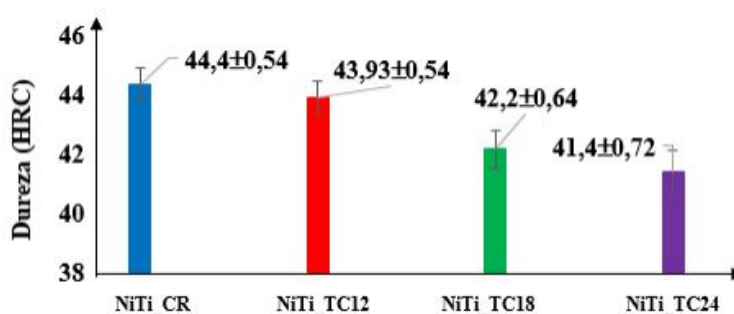


Figura 4.1: Curva de DSC para a liga NiTi sem tratamento criogênico(Bartholomeu, 2016).

4.2 Módulo de Elasticidade e amortecimento

A figura 4.2 mostra os resultados de módulo de elasticidade da liga como recebido e tratado com diferentes tempos de encharque. Observa-se a diminuição do módulo de elasticidade após ser tratado criogenicamente, redução de 0,93%, de 4,74% e de 9,09% no módulo de elasticidade em relação ao valor do material como recebido.

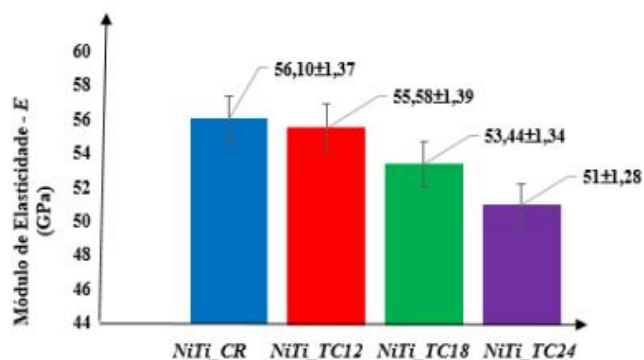


Figura 4.2: Módulo de Elasticidade das ligas Ni48Ti52 sem e com DCT (Bartholomeu, 2016).

Na figura 4.3 observa-se o efeito de criogenia na liga, houve um aumento no valor de amortecimento progressivamente. A taxa de aumento de amortecimento foi intenso, um aumento de 58,94%, de 127,39% e de 199,62% no valor dela em relação ao material como recebido.

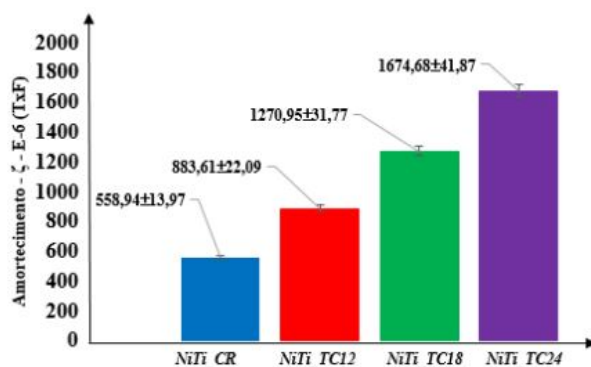


Figura 4.3: Amortecimento das Ligas de Ni48-Ti52 sem e com DCT(Bartholomeu, 2016).

4.3 Temperaturas de transformação de Fase e Calor Latente de Transformação

As figuras 4.4 e 4.7 apresentam os resultados dos ensaios de DSC. Observa-se que as temperaturas A_s , A_f e M_f , as histereses de transformação Hist e o calor latente de transformação $\Delta H A$ e $\Delta H M$ dos corpos de prova tratados apresentaram valores inferiores aos não tratado. Já, as temperaturas MS dos CP's com DCT aumentaram de 2,73%, 5,94% e 12,36%, respectivamente, em relação ao CP sem DCT. As temperaturas A_s , A_f e M_f pode terem sido reduzidas devido a presença de precipitados Ti2Ni, pois segundo Ishida et al., (1997), as temperaturas das transformações direta e reversa nas regiões de vizinhança de transformação da matriz como um todo, são alteradas pela presença de precipitados Ti2Ni. Os aumentos das temperaturas MS podem estar associados ao aumento do tamanho de grãos dos CP'S tratados criogenicamente. Segundo a literatura Ms é afetada pelo tamanho de grão da austenita

e, em geral, quanto maior tamanho de grão mais alto é o Ms (Nishiyama, 1978; Guimarães e Rios, 2010; Yang e Bhadeshia, 2009).

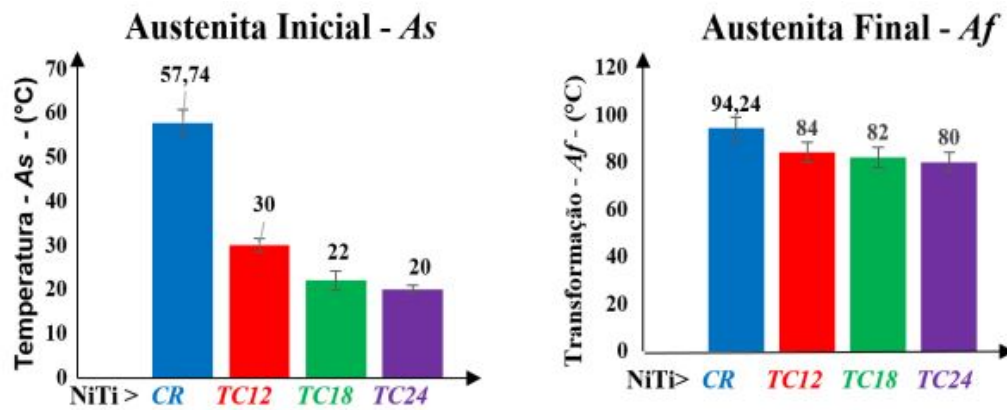


Figura 4.4: Evolução de A_s e A_f com o tratamento criogênico (Bartholomeu, 2016).

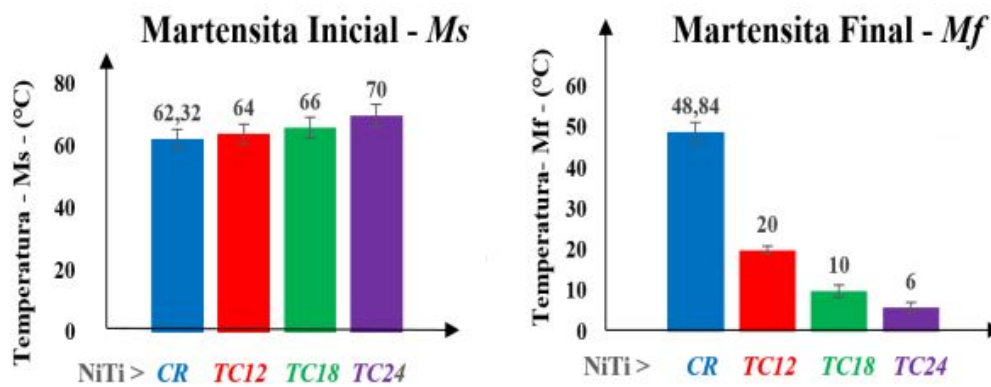


Figura 4.5: Evolução de M_s e M_f com o tratamento criogênico (Bartholomeu, 2016).

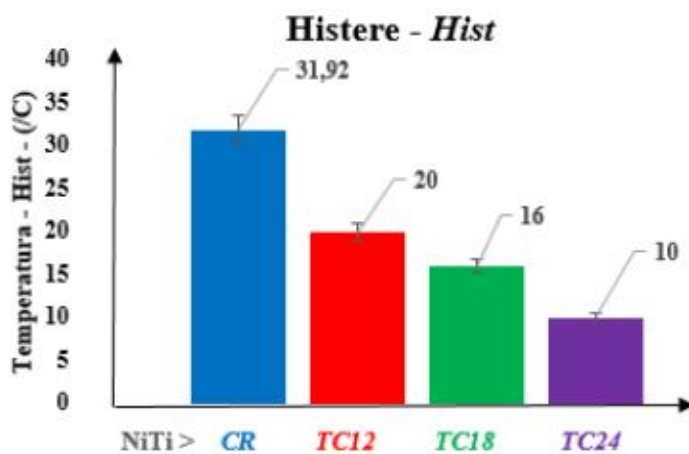


Figura 4.6: Evolução da Histerese de Temperatura com o tratamento criogênico (BARTHOLOMEU, 2016).

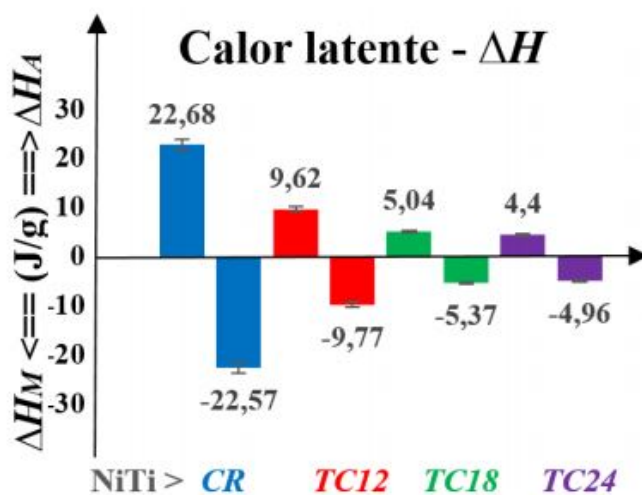


Figura 4.7: Calor Latente de Transformação de Fase (BARTHOLOMEU, 2016).

4.4 Influencia na vida a fadiga

As rupturas estruturais e funcionais das ligas de memória de forma ocorrem em tensão relativamente pequena, modelo constitutivo para a previsão de vida a fadiga proposto por Hartl et al (2014) é obtido pela equação .

$$N_f = \left[\int_0^1 2\xi \left(\frac{(\sigma^{max} - R\xi) \cdot H^{sat} (1 - \exp[-k(\sigma^{max} - R\xi - \sigma^{cr})])}{C^d} \right)^{\gamma_d} d\xi \right]^{-1} \quad (4.1)$$

Onde N_f é o número de ciclos até a falha, ξ a fração volumétrica de martensita, σ^{max} a tensão aplicada, R a constante de mola do sistema, H^{sat} a deformação de transformação máxima, σ^{cr} a tensão crítica de transformação e γ_d e C_d constantes materiais (Hartl et al, 2014; Wheeler et al, 2015).

O modelo proposto avalia analiticamente a vida de fadiga das ligas de memoria de forma e relaciona o numero de ciclos até a falha com os parâmetros que lhe influenciam. Avaliando o modelo podemos constatar que numero de ciclos é proporcional ao inverso dos parâmetros citados, isso quer dizer que com aumento ou diminuição de um deles teremos respectivamente a diminuição ou aumento da N_f .

O numero de ciclos até a falha é obtido pela integração definida de uma função em relação a fração volumétrica martensita ($d\xi$) e os intervalos de integração variam de 0 até 1, a faixa de valores que podem ser atribuídos para o ξ .

O termo $(1 - \exp[-k(\sigma^{max} - R\xi - \sigma^{cr})])$ relaciona a a tensão aplicada com fração volumétrica e tensão crítica de transformação com uma exponencial negativa que torna esse termo pequeno e ela pode ser desprezada para uma simplificação de analise.

Considerando essa simplificação temos,

$$N_f = \left[\int_0^1 2\xi \left(\frac{(\sigma^{max} - R\xi) \cdot H^{sat}}{C^d} \right)^{\gamma_d} d\xi \right]^{-1} \quad (4.2)$$

Analizando a nova face do modelo podemos observar que os principais parâmetros influente na vida a fadiga são a tensão aplicada, constante da mola do sistema,a deformação de transformação máxima e a fração volumétrica martensita.

Nos resultados obtidos por (Bartolomeu,2016) apresentados anteriormente podemos ver que com o tratamento de criogenia o valor de módulo de elasticidade diminui e aumentando o tempo de encharque o módulo de elasticidade tem maior decréscimo. A diminuição do módulo de elasticidade implica em aumento da deformação de transformação máxima. Mantendo todos os parâmetros constante na equação 4.2 e aumentando apenas o H^{sat} o resultado do integral aumenta e como o resultado do integral é inversamente proporcional o numero de ciclos até a falha, logo teremos o N_f diminuída.

Analisando as temperaturas de transformação verifica-se que com a criogenia as temperaturas A_s, A_f e M_f diminuem e quanto maior o tempo de encharque menor valor obtido, portanto a temperatura M_s apresenta um aumento apos a criogenia e esse aumento é maior elevando o tempo de encharque. As mudanças ocorridas através da criogenia nas temperaturas de transformação de fase implica na diminuição de fração volumétrica martensita (ξ). Avaliando a equação 4.2 podemos observar que com a diminuição da fração volumétrica martensita ξ o resultado da integração diminui e sendo inversamente proporcional com o N_f , a diminuição da fração volumétrica martensita implica em aumento números de ciclos até a falha e consequentemente aumenta a vida a fadiga. As variações ocorridas através da criogenia na dureza podemos influenciar a vida a fadiga experimentalmente, porém analisando analiticamente através do modelo proposto não podemos ver a efeito da diminuição da dureza na vida a fadiga.

Capítulo 5 CONCLUSÃO

A partir das análises da Técnica de Excitação por Impulso, Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) e ensaio de dureza Rockwell B verificou-se, respectivamente, o módulo de elasticidade, o amortecimento, as temperaturas de transformação de fases e a dureza das ligas NiTi com e sem tratamento criogênico. O Tratamento Criogênico ao que os materiais foram submetidos consistiu em resfriamento até -196°C e mantidos nessa temperatura por 12, por 18 e por 24 horas respectivamente, e em seguida aquecidos até a temperatura ambiente (24°C) a uma taxa de resfriamento e aquecimento de $18^{\circ}\text{C}/\text{hora}$.

A partir das análises e observações experimentais feitas observou-se que o tratamento criogênico e o tempo de imersão criogênica afetaram as propriedades mecânicas da liga Ni48-Ti52, deve-se esperar que o comportamento à fadiga irá ser afetado, ou seja, para o mesmo nível de carregamento mecânico o número de ciclos até a falha deverá ser alterado pelo tratamento criogênico, ou seja, pode-se concluir que o perfil da curva S-N bem como o número de ciclos até a falha serão alterados e que o tratamento criogênico tenderia a favorecer uma vida a fadiga menor. O quão significativa é essa influência não é possível inferir da análise aqui apresentada.

Referências Bibliográficas

- [1] Ashiuchi, Edgar S. *Influência do tratamento criogênico na fadiga sob condições de fretting no AL 7050-T7451*. . Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF (2009)
- [2] ASTM E1876 *Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration*. 2000
- [3] BANNANTINE, J. A.; COMER, J *Fundamentals of Fatigue Anlysis*. 1990
- [4] Bartholomeu.C.F *Avaliação do efeito de Tratamento Criogênico em Propriedades Mecânicas e Térmicas da Liga Ni48-Ti52*. 2016
- [5] Carlson, Earl A. *Heat Treating. Cold Treating and cryogenic treatment of steel*. Asm Metal Handbook, Lindberg ed. Heat Treating Company, Vol.4, 1969
- [6] K. W. Man. *Contact Mechanics using Boundary Elements*. Computational Mechanics Publications, 1994.
- [7] C.A. Brebbia; J. Dominguez. *Boundary elements. An introductory course*. 2^a Edição. Computational Mechanics Publications, 1992.
- [8] Castro,C.A.; *ESTUDO DO COMPORTAMENTO À FADIGA DE Metais dentro e fora da agua na presença da pressãp Hidrostática*. Tese de doutorado na Universidade Federal de Minas Gerais, 2007.
- [9] CETLIN, P. R., SILVA, *Análise de Fraturas*. Associação Brasileira de Metais, ABM, 1990.
- [10] Delaey, L.; Krishnan, R.V. *Thermoelasticity, pseudoelasticity, and the memory effects associated with martensitic transformations?. Part 1. Structural and microestrutural changes associated with transformations*. *Journal of Materials Science*,. Journal of Materials Science, 1974
- [11] F. A. G. Lourenço. *Análise de Reparos de Trincas Atrav es do Método dos Elementos de Contorno*. Dissertação de mestrado, Universidade Estadual de Campinas, 2000.

- [12] G. Karimi. *A Boundary Element Method for Two-Dimensional Contact Problems*. Springer-Verlag, 1989.
- [13] GOBBI, Silvio José *Influência do tratamento criogênico na resistência ao desgaste do aço para trabalho a frio AISI D2..* 2009
- [14] HARTL, D.J., CHEMISKY, Y., MERAGHNI, F., *Three-dimensional constitutive model considering transformation-induced damage and resulting fatigue failure in shape memory alloys*. Springer-Verlag, 2014.
- [15] J. H. Kane. *Boundary Element Analysis in Engineering Continuum Mechanics*. Prentice Hall, 1994.
- [16] INDIRLI, M *The Demo-Intervention of the ISTECH Project: The Bell-Tower of S. Giorgio in Trignano (Italy)* . , 2000.
- [17] Lagoudas D. C. *Shape Memory Alloys - Modeling and Engineering Applications..* 2008.
- [18] Mammano, S. G., & Dragoni, *Functional Fatigue of shape memory wires under constant stress and constant-strain loading conditions*. (2011).
- [19] Mammano, S. G., & Dragoni, *Functional fatigue of Ni-Ti shape memory wires under various loading conditions*. (2014).
- [20] Otsuka K.; Wayman C. M. *Shape Memory Materials*, Cambridge University Press, Cambridge, UK.. (1998).
- [21] PERIN, A. L. *Desenvolvimento de um equipamento para medição de emissividade*, UFRS Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Departamento de Engenharia Mecânica, Porto alegre, 2009
- [22] S. Takahashi. *Elastic Contact Analysis by Boundary Element*. Springer-Verlag, 1991.
- [23] Thomazini, D., & Pedro Urbano.; *Sensores Industriais - Fundamentos e Aplicações*. 2012
- [24] WAYMAN, C. M., & T. W. DUERIG.; *An introduction to martensite and shape memory*. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. 1990
- [25] WHEELER, R. W., HARTL, D. J., CHEMISKY, Y., LAGOUDAS, D. C. *Modeling of Thermomechanical Fatigue and Damage in Shape Memory Alloy Axial Actuators* ,2015
- [26] Willian H.Hayt Jr. *Eletromagnetismo, LTC* , 1994

- [27] YAKOVLEVA, T. Y.; MATOKHNYUK, *Prediction of Fatigue Characteristics of Metals at Different Loading Frequences, Strength of Materials*, (2004)
- [28] ZANABONI, E., *One Way and Two Way Shape Memory Effect: Thermo Mechanical Characterization of NiTi wires* (2008)